

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

L3 ANSWER 1 OF 1 WPIX COPYRIGHT 2003 THOMSON DERWENT on STN
AN 1993-088757 [11] WPIX Full-text
DNC C1993-039459
TI Mfg. polypropylene foam body with high rate of expansion - by expanding polypropylene-polybutene mixture using carbon di oxide foaming agent in extrusion moulding machine.
DC A17 A32 A92
PA (SEKIP) SEKISUI PLASTICS CO LTD
CYC 1
PI JP--05032813 A 19930209 (199311)* 5p C08J-009-12 <--
JP---2500878 B2 19960529 (199626) 5p C08J-009-12
ADT JP--05032813 A 1991JP-0192382 19910731; JP---2500878 B2 1991JP-0192382
19910731
FDT JP---2500878 B2 Previous Publ. JP--
PRAI 1991JP-0192382 19910731
IC ICM C08J-009-12
ICS B29C-047-00
ICA C08L-023-10
ICI C08L-023:
AB JP 05032813 A UPAB: 19970502
Mfr. involves expanding a mixed resin consisting of 90-60 weight% of polypropylene with melt-tension at least 20g under a specific condition and 10-40 weight% of polybutene-1 using CO₂ type expanding agent in extrusion foaming polypropylene using extrusion moulding machine. The CO₂ type expanding agent is an (in)organic substance or organic solvent, i.e. zeolite, cyclodextrin and alcohol respectively. Polypropylene, homopolymer, block polymer and their mixture can be used. Polybutene-1, homopolymer and copolymer of butene-1 with MFI up to 2.0 g/10 min. can be used. ADVANTAGE - The mfr. is industrially very useful. A high rate of expansion is obtd. despite the low cost foaming agent. The material is used for lightweight heat resistant food containers Dwg.0/0
FS CPI
FA AB
MC CPI: A04-G03C; A04-G04; A07-A02D; A08-B02; A11-B06B; A12-S04A2

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-32813

(43)公開日 平成5年(1993)2月9日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 08 J 9/12	C E S	8927-4 F		
B 29 C 47/00		7717-4 F		
// C 08 L 23/10	L C F	7107-4 J		
C 08 L 23:12		7107-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平3-192382

(22)出願日 平成3年(1991)7月31日

(71)出願人 000002440

積水化成品工業株式会社

奈良県奈良市南京終町1丁目25番地

(72)発明者 白井 英知

奈良県奈良市平松3丁目21-7

(74)代理人 弁理士 平木 祐輔 (外1名)

(54)【発明の名称】 ポリプロピレン発泡体の製造方法

(57)【要約】

【構成】 押出成形機を用いてポリプロピレンの押出発泡をするに際し、特定条件下における溶融張力（メルトテンション）が20g以上のポリプロピレン90～60wt%と、ポリブテン-1 10～40wt%からなる混合樹脂を、CO₂系発泡剤により発泡させることからなるポリプロピレン発泡体の製造方法。

【効果】 本発明は、安価な発泡剤であるCO₂を使用するにもかかわらず高発泡倍率の発泡体を得ることができ、産業上きわめて有用である。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】押出成形機を用いてポリプロピレンの押出発泡をするに際し、特定条件下における溶融張力（メルトテンション）が20g以上のポリプロピレン90~60wt%と、ポリブテン-1 10~40wt%からなる混合樹脂を、CO₂系発泡剤により発泡させることを特徴とするポリプロピレン発泡体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、CO₂系発泡剤を用いてポリプロピレンを押出発泡成形することによる耐熱性を要求される食品用の軽量容器材料に適するポリプロピレン発泡体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】焼却時、煙の発生しない軽量発泡体の要請があり、弁当箱など温湯容器などは取扱い時に熱しないよう断熱性のある容器が要望されている。従来、耐熱性の高いポリプロピレンを、揮発性発泡剤と共に溶融押し出し、発泡体を形成することは従来から行なわれており、例えば特開昭53-43766号公報ではメルトテンションが14~20gのポリプロピレンを塩化ブチル化水素系発泡剤5~30wt%と共に押出すことにより、発泡度80%以上の同軸ケーブル用絶縁層を形成しており、また、特開昭57-197132号公報では、190℃におけるメルトテンション3.0g以上でメルトテンションの最大値と最少値の比が2.5以下であるポリプロピレンと核形成剤を溶融可塑化し、押出機のシリンダーから揮発性発泡剤を供給混合して押し出し発泡させ、発泡倍率が20倍以上のポリプロピレン発泡体を製造している。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】前記ポリプロピレンの発泡剤として揮発性のC₄、C₅系発泡剤や、N₂ガスまたはN₂ガス発生有機物発泡剤を使用した場合は、80%以上の独立気泡構造の発泡体が得られているが、CO₂系発泡剤を使用し、CO₂により発泡すると、押出成形用金型からCO₂を含んだポリプロピレン溶融体が大気圧下に放出されたとき、発泡して発泡体となるが直ぐに収縮してしまい、発泡倍率の低い“しわ”的な（収縮した）物になる。その際の発泡体の気泡構造は殆んど連続気泡構造になっている。

【0004】他方、ポリスチレンをCO₂により発泡させると収縮することもなく、発泡体となり、しかも独立気泡構造は70%以下と連続気泡構造となる特長がある（通常のC₄、C₅など揮発性発泡剤やN₂ガスまたはN₂発生の有機物発生剤では80%以上の独立気泡構造の発泡体が得られる。）。また、ポリブテン-1樹脂は、単独でもCO₂発泡剤を使用した押し出し発泡において発泡体の収縮防止特性を持っている。

【0005】本発明は、前記した従来技術における問題点を解消し、CO₂系発泡剤により発泡させても収縮が起

2

こらず、発泡倍率の高いポリプロピレン発泡体の製造方法を提供することを目的としている。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、ポリプロピレンのメルトテンションがCO₂発泡剤を使用した発泡における独立気泡形成に密接に関連すると共に、ポリブテン-1樹脂のCO₂発泡による発泡体収縮防止特性を併用することが効果的であることを知見し、本発明を完成するに至った。すなわち本発明は、押出成形機を用いてポリプロピレンの押出発泡をするに際し、特定条件下における溶融張力（メルトテンション）が20g以上のポリプロピレン90~60wt%と、ポリブテン-1 10~40wt%からなる混合樹脂を、CO₂系発泡剤により発泡させることを特徴とするポリプロピレン発泡体の製造方法を要旨としている。

【0007】

【作用】本発明の構成と作用を説明する。本発明において、ポリプロピレンのメルトテンションが20g以上であると限定した理由は次のとおりである。前述したようにポリプロピレンをCO₂により発泡すると押出成形用金型からCO₂を含んだポリプロピレン溶融体が大気圧下に放出されたとき、発泡して発泡体となるが直ぐに収縮してしまい、発泡倍率の低い“しわ”的な（収縮した）物になる。その際の発泡体の気泡構造は殆んど連続気泡構造になっている。

【0008】他方、ポリスチレンをCO₂により発泡させると収縮することもなく発泡体となり、しかも独立気泡構造は70%以下と、連続気泡構造となる特長がある（通常のC₄、C₅など揮発性発泡剤やN₂ガスまたはN₂発生の有機物発生剤では80%以上の独立気泡構造の発泡体が得られる。）。また、ポリブテン-1樹脂は、単独でもCO₂発泡剤を使用した押し出し発泡において発泡体の収縮防止特性を持っている。

【0009】以上の如きCO₂による押出発泡の特徴から、ポリマーの溶融体物性について検討した結果、ポリスチレンはメルトテンションが非常に高いため、収縮することなく、独立気泡構造をもつた発泡体ができると推定される。そこでポリプロピレンに関してメルトテンションと発泡性の関係をみてみると、特定条件で測定したメルトテンションが20g以上になると発泡後の発泡体収縮がきわめて減少し、発泡倍率向上が確認された。

【0010】他方、ポリブテン-1樹脂の発泡体収縮防止特性を利用するため、ポリプロピレンに混合使用するが、ポリプロピレンに対し10wt%未満では効果が発揮されず40wt%を超えるとポリプロピレンの耐熱性が害され好ましくない。50%近くブレンドするとポリプロピレンとの層分離がみられ、表面層が“しわ”的な発泡体となつて好ましくない。

【0011】本発明で使用する発泡剤はCO₂であるが、

CO_2 の分散剤となる無機物、有機物及び有機溶剤が使用できる。例えば、 CO_2 吸収性の無機物としてゼオライト、有機物としてサイクロデキストリンがあり、有機溶剤としてアルコールがある。本発明において特定条件下のメルトテンションは次のようにして測定する。測定装置はキャビログラフ（東洋精機製）を使用する。装置に設けたオリフィスの直径は 2.095mm、長さ 8.04mm である。試料の予熱時間は 5 分であり、加熱溶融温度は 190 ℃である。溶融物の押出速度は 5 mm/min、引取速度は 1 m/min 以上～10m/min 以下で実施をする。（引取速度はオリフィスより溶融体が押出され、押出物を安定して引取れる速度とする）前記測定装置を使用した場合 HIMONT 社の発泡用ホモPP (MFI 4.0) は、安定して引取れる速度は 0.9～1.0m/min にあり、それ以上では切断して引取れなかった。

【0012】通常、引取速度が早くなれば、溶融張力が高くなる。従来の PP 樹脂も、溶融張力が 20 g 以上になる。このため、引取速度は 10m/min 以下とした。本発明で用いるポリプロピレンのメルトテンションは 20 g 以上であり、好ましくは 25 g 以上である。ポリプロピレンは 20 ホモポリマー及びブロックポリマーまたはそれらの混合*

*物も使用できる。メルトテンションが 20 g 未満では発泡直後発泡体は収縮し、連続気泡 100% の低倍率発泡体しか得られない。ポリブテン-1 は MFI (メルトフローインデックス) が 2.0g/10分以下、好ましくは 1.0 以下の値であり、ホモポリマー及びコポリマーが使用できる。MFI 2.0 以上では CO_2 による発泡体の収縮が大きく充填材との親和性も低下して好ましくない。

【0013】本発明で用いる発泡核剤は、通常の押出し発泡に使用される核剤が利用でき、核剤を樹脂ペレット 10 に着目させる着色剤も利用できる。発泡剤は CO_2 ガスであり、気体状、液体状で押出機シリンダーの途中より圧入すればよい。低倍率の発泡体を作るときは CO_2 を発生する組成物（重曹・クエン酸混合系）が利用される。

【0014】その他、酸化防止剤、着色剤、滑剤、充填剤が用途に応じて使用される。本発明においては前記混合樹脂の使用により、押出発泡直後、発泡体の収縮がなく、独立気泡構造を有する発泡体を得ることができる。これを表示すると表 1 のとおりである。

【0015】

20 【表 1】

ホモポリマー及びブロックポリマーまたはそれらの混合*

	発泡倍率	独立気泡率	連続気泡率
従来・PP系の発泡体	3.0倍以下	10～0%	100%～90
本発明PP/PBの発泡体	3.0倍以上	30%以上	70%以下

【0016】

【実施例】本発明を実施例、比較例により説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。

【0017】

【実施例 1】L/D=30 の口径 40mm 押出機へ表 2 の割合のポリプロピレン/ポリブテン-1 樹脂並びにタルク 1wt% 部の混合物を投入し、230℃で加熱溶融し、押出機シリンダ※

※一の途中より液化 CO_2 を計量圧入して、押出機先端の樹脂温度を 155～160 ℃に冷却・調節し、押出機先端に取りつけた口径 3mm のロッド金型より大気中に押出し、ロッド状の発泡体を得た。発泡体の特長は表 2 の通りであった。（押出量 4.5～6 kg/h）

【0018】

【表 2】

	PP (wt%)	PB-1 (wt%)	ロッド径 (mmφ)	発泡倍率 (倍)	独立気泡率 (%)	収縮性
1	90	10	8.3	8.5	51	なし
2	70	30	9.5	10.3	63	"
3	60	40	9.0	9.6	60	"

PP ; 米国HIMONT社製 PP(グレード PF815)/(MFI 4.0g/10分、溶融張力 MT 29g)

PB-1 ; 米国 Witco Chemical 社製 PB-1(グレード 0100)/(MFI 0.4g/10分)

【0019】比較例

実施例 1 と同じ条件で樹脂を変更して実施した。結果を表 3 に示す。

【0020】

【表 3】

	PP (%)	PB-1 (%)	ロッド径 (mmφ)	発泡倍率	独立気泡率	収縮性
1 三菱油化製 〔MT. 18g MFI 0.3g/10分〕	MH-8	—	6.5	4.3	20	収縮(小)
2 住化製 〔MT. 4.5g MFI 35g/10分〕	H501	—	7.3	5.1	18	収縮(大)
3 HIMONT製 〔MT. 14g MFI 0.39g/10分〕	7823	—	8.0	6.5	30	収縮(中)
4 HIMONT製 50	Witco製 50	0100	8.5	7.7	35	収縮と 発泡(層分離)
5	95	5	7.5	7.0	30	収縮(小)

【0021】

【実施例2】発泡押出装置として、口径65mm (L/D35)、発泡用金型に口径105mm、環状金型(スリット0.60mm)、プラグ(マンドレル) 203φ×300Lを使用し、押出量17~20kg/Hの条件で樹脂 100/タルク 1.0/ポリブテ

40 シン0.1各重量部の処方配合物を使用し、液状CO₂を押出シリンダーの途中より計量圧入して発泡体を製造した。得られた結果を表4に示す。

【0022】

【表4】

PP (wt%)	PB-1 (wt%)	シート厚み (mm)	発泡倍率 (倍)	独立気泡率 (%)	外観
90	10	1.3	4.5	49	スムースで良
60	20	1.0	5.2	57	"
60	40	1.2	3.7	51	"
PP 50	50	0.9	2.3	18	しわが多く、 皮付 (層分離か)
MH-8 100	—	1.1	1.9	0	凹凸有
H501 100	—	1.3	2.1	0	"

【0023】

かわらず高発泡倍率の発泡体を得ることができ、産業上

【発明の効果】本発明は、以上説明したように構成され 20 きわめて有用である。

ているから、安価な発泡剤であるCO₂ を使用するにもか